

Code de distribution interne :

- (A) [] Publication au JO
(B) [] Aux Présidents et Membres
(C) [X] Aux Présidents
(D) [] Pas de distribution

D E C I S I O N
du 7 septembre 2004

N° du recours : T 0487/01 - 3.3.5

N° de la demande : 94921001.7

N° de la publication : 0706496

C.I.B. : C01B 33/025

Langue de la procédure : FR

Titre de l'invention :

Silicium métallurgique contenant du phosphore pour la
préparation d'organohalogenosilanes

Titulaire du brevet :

Pechiney Electrométallurgie, et al

Opposant :

Wacker-Chemie GmbH

Référence :

-

Normes juridiques appliquées :

CBE Art. 52, 54, 56, 123(2), (3)

Mot-clé :

"Requête principale et 1^{ère} requête auxiliaire : activité
inventive - non"

"2^{ème} requête auxiliaire : activité inventive - oui"

Décisions citées :

-

Exergue :

-



N° du recours : T 0487/01 - 3.3.5

D E C I S I O N
de la Chambre de recours technique 3.3.5
du 7 septembre 2004

Requérant :
(Titulaire du brevet) Pechiney Electrométallurgie
Tour Manhattan
5/6 Place de l'Iris
F-92400 Courbevoie (FR)

Mandataire :
Mougeot, Jean Claude
PECHINEY
Immeuble "SIS"
217, cours Lafayette
F-69451 Lyon Cedex 06 (FR)

Intimée :
(Opposant) Wacker-Chemie GmbH
Hanns-Seidel-Platz 4
D-81737 München (DE)

Mandataire :
Fritz, Helmut, Dr.
Wacker-Chemie GmbH
Zentralabteilung Patente
Marken und Lizenzen
Hanns-Seidel-Platz 4
D-81737 München (DE)

Décision attaquée : Décision de la division d'opposition de l'Office européen des brevets signifiée par voie postale le 5 mars 2001 par laquelle le brevet européen n° 0706496 a été révoqué conformément aux dispositions de l'article 102(1) CBE.

Composition de la Chambre :

Président : M. M. Eberhard
Membres : A. T. Liu
S. U. Hoffmann

Exposé des faits et conclusions

I. Ce recours a été formé par les titulaires du brevet contre la décision de la division d'opposition révoquant le brevet européen pour défaut d'activité inventive.

II. Parmi les documents de l'état de la technique cités en procédure d'opposition, référence est faite aux suivants dans la présente décision :

(5) : Proceedings of the 6th International Ferroalloys Congress Cape Town, vol. 1, Johannesburg, SAIMM, 1992, pp. 209-214

(6) : EP-A-0 273 635

III. La décision contestée était basée sur les revendications 1 à 5 telles que déposées par lettre du 26 mai 1999. Ce jeu de revendications, maintenu comme base de la requête principale en procédure de recours, contient la revendication 1 avec le libellé suivant :

"Utilisation, pour la synthèse des alkyl- et aryl-halogénosilanes par réaction avec des halogénures d'alkyle ou d'aryle à une température comprise entre 250 et 350°C en présence d'un catalyseur contenant du cuivre, et éventuellement un ou plusieurs promoteurs étain, zinc, antimoine, d'un silicium métallurgique contenant globalement de 30 à 180 ppm de phosphore constitué d'une phase cristalline de silicium primaire à teneur en phosphore dissous comprise entre 30 et 150 ppm et de phases intermétalliques dont le taux global est compris entre 0,5 et 2%, caractérisé en ce que, parmi ces phases intermédiaires, la phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ ne représente pas plus

de 0,3% de la masse de silicium métallurgique, que le rapport pondéral (Al+Ca)/Fe des impuretés Al, Ca et Fe contenues dans le silicium est compris entre 0,5 et 0,9, et que le rapport Al/Ca est compris entre 2,5 et 4,5."

- IV. Avec le mémoire de recours, les requérantes ont déposé un nouveau jeu de revendications comme base d'une première requête auxiliaire. La nouvelle revendication 1 est identique à la revendication 1 selon la requête principale, à la différence près que "la phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ ne représente pas plus de 0,1% de la masse de silicium métallurgique".
- V. Dans la notification datée du 24 mai 2004 annexée à la convocation à la procédure orale, la chambre a exprimé son avis préliminaire selon lequel elle aurait tendance à suivre la décision de la division d'opposition. Elle a aussi fait savoir que cet avis semble s'appliquer à la revendication 1 selon la requête subsidiaire, celle-ci visant l'utilisation d'un silicium métallurgique dont la teneur en phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ semble être au même niveau que dans les échantillons A_1 et A_2 selon le document (6).
- VI. Par lettre du 9 juillet 2004, les requérantes ont déposé un nouveau jeu de 2 revendications à titre de seconde requête subsidiaire, dont le texte a été corrigé plus tard, par lettre du 28 juillet 2004. La revendication 1 selon cette nouvelle requête a le libellé suivant :

"Procédé de préparation d'un silicium métallurgique pour la synthèse des alkyl- et aryl halogénosilanes, contenant globalement de 30 à 180 ppm de phosphore, constitué d'une phase cristalline de silicium primaire à teneur en phosphore dissous comprise entre 30 et 150 ppm

et de phases intermétalliques dont le taux global est compris entre 0,5 et 2%, dans lequel le taux global de phosphore contenu est réglé d'une part par la quantité de phosphore apporté par les matières premières, et/ou d'autre part par la quantité de phosphore ajouté au silicium liquide sous forme de composé phosphoré non volatil, caractérisé en ce que la formation de la phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ dans le silicium solidifié est limitée à moins de 0,3% du poids du silicium en ajustant simultanément deux rapports pondéraux :

- a) le rapport de la somme des teneurs en aluminium et en calcium à la teneur en fer du silicium : $(\text{Al}+\text{Ca})/\text{Fe}$ à une valeur comprise entre 0,7 et 0,9 pour les vitesses de solidification lentes, c'est-à-dire telles que la vitesse de diminution de température entre 1000° et 800°C soit comprise entre 6 et $30^\circ\text{C}/\text{mn}$, ou à une valeur comprise entre 0,5 et 0,7 pour les vitesses de solidification rapide, c'est-à-dire telles que la vitesse de diminution de température entre 1000° et 800°C soit comprise entre 30 et $120^\circ\text{C}/\text{mn}$
- b) le rapport de la teneur en aluminium à celle du calcium : Al/Ca à une valeur comprise entre 2,5 et 4,5."

VII. Au cours de la procédure orale du 7 septembre 2004, les requérantes ont présenté un diagramme de phases basé sur la figure 8 du document (5).

VIII. Les arguments des requérantes sont essentiellement les suivants :

- L'état de la technique le plus proche est représenté par le document (6).
- Au vu du document (6), le problème technique à résoudre est d'utiliser pour la synthèse des alkyl- et aryl halogénosilanes un silicium qui permette d'améliorer la réactivité et la sélectivité.
- La solution proposée dans le brevet est d'ajuster les rapports pondéraux des impuretés en Al, Ca et Fe en fonction des vitesses de solidification praticables dans les productions à l'échelle commerciale, de telle sorte que la phase intermétallique Si_2Al_2Ca soit aussi réduite que possible.
- Le document (6) n'a pas reconnu que la teneur en phase Si_2Al_2Ca dans le silicium est essentielle pour la productivité dans l'utilisation envisagée.
- Il n'y a pas de preuve que la teneur de la phase Si_2Al_2Ca dans l'échantillon A_1 de (6) est inférieure à 0,1%.
- Avec un rapport pondéral Al/Ca selon le document (6) qui est en dehors de la plage revendiquée, il n'est pas possible d'obtenir un silicium ayant un taux de Si_2Al_2Ca réduit.
- À cause de la teneur relativement basse en Ca, le silicium selon le document (6) contient relativement

peu de phases intermétalliques qui sont nécessaires pour amorcer la synthèse des alkyl- et aryl-halogénosilanes.

- Le procédé de solidification divulgué dans le document (5), qui sert à contrôler la formation des phases intermétalliques, n'est pas praticable à l'échelle commerciale.

IX. Les arguments de l'intimée peuvent se résumer comme suit :

- Le problème technique concernant la productivité de la synthèse des alkyl- et aryl halogénosilanes est connu du document (6) et résolu dans cet état de la technique également par l'utilisation d'un silicium métallurgique contenant du phosphore comme promoteur.
- Il n'est pas crédible que l'utilisation revendiquée conduise à une amélioration par rapport à cet état de la technique le plus proche.
- La teneur en phase Si_2Al_2Ca dans l'échantillon A₁ de (6) correspond aux valeurs définies dans la revendication 1 de toutes les requêtes.
- La seule caractéristique qui distingue l'utilisation revendiquée de celle connue du document (6) est le rapport pondéral Al/Ca.
- Les requérantes n'ont pas démontré la pertinence de ce rapport pondéral Al/Ca dans l'utilisation visée.

- Le document (5) enseigne l'effet des différentes phases intermétalliques sur la sélectivité et la réactivité du silicium utilisé. Il est évident pour l'homme du métier de contrôler la formation de ces phases dans la production du silicium.
 - Le document (5) divulgue aussi une méthode pour contrôler la formation de ces phases intermétalliques.
- X. Les requérantes ont demandé l'annulation de la décision contestée et le maintien du brevet européen sous forme modifiée selon la requête principale soumise par lettre du 26 mai 1999 ou selon la requête auxiliaire n° 1 déposée avec la lettre du 14 juin 2001 ou selon la requête auxiliaire n° 2 soumise par lettre du 28 juillet 2004. L'intimée a demandé le rejet du recours.

Motifs de la décision

1. *Requête principale*

1.1 La revendication 1 vise l'utilisation pour la fabrication d'halogénosilanes (aussi dite "réaction de Rochow") d'un silicium métallurgique défini par :

- a) sa teneur globale en phosphore de 30 à 180 ppm,
- b) une phase cristalline de silicium primaire à teneur en phosphore dissous comprise entre 30 et 150 ppm et
- c) des phases intermétalliques dont le taux global est compris entre 0,5 et 2%, et dont la phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ ne

représente pas plus de 0,3% de la masse de silicium métallurgique,

d) le rapport pondéral (Al+Ca)/Fe des impuretés Al, Ca et Fe compris entre 0,5 et 0,9, et

e) le rapport Al/Ca compris entre 2,5 et 4,5.

1.2 La chambre accepte l'avis des parties selon lequel l'état de la technique le plus proche est représenté par le document (6) qui vise également l'utilisation dans la réaction de Rochow de silicium métallurgique contenant des composés phosphorés non-volatils comme promoteurs. Cet apport de phosphore en quantité contrôlée dans le silicium permet d'améliorer la réactivité et la sélectivité de ladite réaction (page 2, lignes 1 à 14 ; page 2, ligne 50 à page 3, ligne 8).

Le document (6) divulgue dans ses exemples un échantillon de silicium (A1) dont la teneur globale en phosphore est de 148 ppm. Les calculs effectués à partir des données concernant cet échantillon révèlent un rapport pondéral (Al+Ca)/Fe de 0,8 et une teneur en phase tertiaire Si_2Al_2Ca en dessous de 0,3% (voir Table I, page 6). Les requérantes n'ont pas contesté que pour cet échantillon, la teneur en phosphore dans la phase cristalline de silicium primaire et le taux global de phases intermétalliques tombent aussi dans les plages revendiquées, soit entre 30 et 150 ppm et entre 0,5 et 2%, respectivement. Ainsi, comme déjà observé à plusieurs reprises et non contesté par les requérantes lors de la procédure orale, l'échantillon A1 présente toutes les caractéristiques stipulées dans la

- revendication 1 à part le rapport Al/Ca (voir point 1.1 ci-dessus).
- 1.3 Les requérantes ont fait valoir qu'au vu du document (6), le problème technique à résoudre est de procurer pour l'utilisation dans la réaction de Rochow un silicium qui permette d'améliorer la réactivité et la sélectivité de ladite réaction.
- 1.4 La solution proposée dans la revendication 1 est d'utiliser un silicium qui se distingue de celui du document (6) uniquement par un rapport Al/Ca compris entre 2,5 et 4,5 (voir point 1.1 ci-dessus, caractéristique e)). Dans l'échantillon A1, ce rapport est environ de 7,6 (voir Table I, page 6).
- 1.5 La chambre n'est cependant pas convaincue que l'amélioration indiquée ci-dessus par rapport au document (6) est effectivement obtenue par l'utilisation telle que définie dans la revendication 1 pour les raisons qui suivent.
- 1.5.1 Certes, le brevet en cause contient des exemples comparatifs pour démontrer l'avantage de la prétendue invention. Ainsi, l'exemple 4 montre l'intérêt de la présence d'une quantité suffisante de phosphore dans la phase primaire, obtenue par l'absence de la phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$. L'exemple 5 montre que les résultats obtenus en synthèse de méthylchlorosilane sont voisins, en dépit de teneurs globales en phosphore différentes si ces teneurs sont voisines dans la phase silicium primaire. Finalement, l'exemple 6 permet de comparer des échantillons dont le silicium primaire présente des teneurs croissantes en phosphore. Cependant, la chambre

constate que dans tous ces exemples, les échantillons dits "non conformes à l'invention" se distinguent toujours de ceux dits "selon l'invention" au moins par deux paramètres, notamment les rapports pondéraux ((Al+Ca)/Fe et Al/Ca). Ainsi, ces exemples comparatifs ne sont pas aptes à démontrer un avantage quelconque basé uniquement sur la sélection d'un rapport pondéral Al/Ca compris entre 2,5 et 4,5.

1.5.2 Selon le brevet en cause, l'action bénéfique du phosphore sur la réactivité et la sélectivité de la réaction de Rochow dépend non seulement de la teneur globale en phosphore dans le silicium mais plus particulièrement du phosphore contenu dans le silicium primaire, sous réserve que son taux soit compris entre 30 et 150 ppm (page 4, lignes 38 à 51). Cependant, comme déjà indiqué plus haut (voir point 1.2), les requérantes n'ont pas contesté que non seulement la teneur globale en phosphore mais aussi la teneur en phosphore dissous dans la phase primaire de l'échantillon A1 du document (6) correspond à celle selon la revendication 1. En conséquence, les taux de phosphore tels que définis dans cette revendication ne peuvent apporter une amélioration dans l'utilisation envisagée par rapport à l'utilisation de l'échantillon A1 du document (6).

1.5.3 Les requérantes ont fait valoir que dans le document (6) la teneur en Ca était faible, ce qui était défavorable pour la sélectivité car la concentration en Ca jouait un rôle dans la formation des phases intermétalliques qui sont nécessaires pour amorcer la réaction de Rochow. A ce sujet, la chambre observe que la concentration en Ca n'est pas définie dans la revendication 1 et que, par ailleurs - comme concédé par les requérantes lors de la

procédure orale - le taux global de phases inter-métalliques pour l'échantillon A1 est compris dans la fourchette indiquée dans cette revendication. Dès lors, la chambre ne voit pas comment la concentration en Ca peut être prise en considération dans l'appréciation de l'activité inventive.

1.5.4 Avec référence au diagramme de phase présenté lors de la procédure orale du 7 septembre 2004, les requérantes ont aussi argué que les conditions de solidification de la masse de silicium étaient importantes pour contrôler l'apparition de la phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ et, donc, pour améliorer la réactivité et la sélectivité du silicium obtenu (voir aussi brevet en cause, page 5, lignes 13 à 21). La chambre note que les conditions de solidification ne sont pas mentionnées dans la revendication 1. Elles sont certes importantes pour obtenir un silicium avec une teneur réduite en phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$, cependant l'échantillon A1 selon le document (6) présente lui-même une teneur en phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ qui est inférieure à la limite supérieure indiquée dans la revendication 1 (voir point 1.2 ci-dessus). En conséquence, la vitesse de solidification ne joue aucun rôle pour la comparaison de l'objet de la revendication 1 avec cet état de la technique.

1.5.5 En conséquence, la chambre considère que le problème technique avancé par les requérantes n'est pas résolu par l'objet de la revendication 1.

Elle peut cependant accepter que par rapport au document (6), le problème consiste à trouver pour l'utilisation dans la réaction de Rochow une autre qualité de silicium conduisant à de bonnes performances en réactivité et

sélectivité. Au vu des exemples du brevet, il est crédible que ce problème est effectivement résolu par l'utilisation selon la revendication 1. Toutefois, la chambre considère qu'une telle utilisation est évidente pour les raisons suivantes.

- 1.6 Il ressort du document (6), qui vise particulièrement l'effet du phosphore en tant que promoteur pour le silicium dans la réaction de Rochow, que le silicium utilisé contient comme impuretés métalliques principalement Al, Ca et Fe en diverses proportions (voir Tableau I). Ceci ressort également du document (5) qui divulgue que les matières premières utilisées dans la production de silicium métallurgique contiennent les impuretés métalliques Al, Ca et Fe et que le raffinage de la masse de silicium liquide permet d'amener les concentrations en Ca et Al aux valeurs désirées dans le produit final. Ce silicium est utilisable pour la synthèse des méthylchlorosilanes qui exige certaines teneurs en Ca et Al en fonction des conditions opératoires. Ce document enseigne de plus que les impuretés sont concentrées dans les phases intermétalliques qui ont une influence importante sur la réaction de chlorométhylation du silicium (page 209, colonne de gauche à page 210, colonne de gauche : "Characteristics" et "Uses"). Il divulgue aussi les principaux composés intermétalliques dans le silicium métallurgique, leur domaine de stabilité et leur influence sur la réactivité et la sélectivité dans la réaction de chlorométhylation du silicium (voir page 210, tableau I, page 212 : "Stability Fields of the Intermetallides" et page 213, colonne de gauche : "Modification of the Stability Fields").

Il découle donc de l'enseignement des documents (5) et (6) qu'en faisant varier les teneurs en Ca et Al du silicium, différentes phases intermétalliques peuvent être obtenues et/ou différentes teneurs relatives desdites phases, ce qui a une influence sur la réactivité et la sélectivité de la réaction de Rochow. Sur la base de ces connaissances, l'homme du métier confronté au problème de trouver, pour l'utilisation dans ladite réaction, un autre silicium conduisant à de bonnes performances en réactivité et sélectivité, aurait envisagé de faire varier les quantités absolues et relatives des impuretés, en particulier de Ca et Al, pour résoudre ce problème. En faisant varier lesdites quantités dans le cadre d'une série d'expériences de routine, l'homme du métier arriverait à des qualités de silicium dont certaines auront les caractéristiques revendiquées. Même en supposant que le nombre d'expériences puisse être important, ceci ne peut justifier la présence d'activité inventive lorsqu'il s'agit, comme dans le présent cas, d'expériences de routine en vue de trouver un autre silicium qui soit utilisable dans la réaction de Rochow. En conséquence, la revendication 1 ne remplit pas les conditions énoncées dans l'article 56 CBE au vu de l'enseignement selon le document (6) en combinaison avec celui du document (5).

2. *Requête auxiliaire n° 1*

- 2.1 Le libellé de la revendication 1 de cette requête auxiliaire diffère de celui de la revendication 1 de la requête principale seulement en ce que la limite imposée à la teneur en phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ dans la masse de silicium métallurgique est de 0,1% au lieu de 0,3%.

2.1.1 Comme admis par les requérantes, la teneur en phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ dans l'échantillon A1 du document (6) ne peut dépasser 0,12%, (voir exposé des motifs du recours, page 1, 4^{ème} paragraphe). L'intimée a argué que la valeur 0,1% stipulée dans la revendication 1 correspondait à la valeur 0,12% arrondie. Ainsi, la question se pose de savoir si la valeur 0,1% définie dans la revendication 1 avec une seule décimale doit être assimilée à 0,10%. Toutefois, cette question peut rester ouverte car même si l'on admet en faveur des requérantes que la valeur 0,1% n'englobe aucune valeur supérieure à 0,10%, l'objet de la revendication 1 manque d'activité inventive pour les raisons indiquées ci-après.

2.1.2 Comme souligné par l'intimée, la valeur de 0,12% en phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ dans l'échantillon A1 est le résultat d'un calcul théorique partant des données du document (6), en estimant que la totalité du calcium a été employée à la formation de cette phase tertiaire. En réalité, cette teneur est probablement plus basse, étant donné que l'élément Ca est en partie aussi utilisé dans la formation d'autres phases intermétalliques. Cette hypothèse est supportée par les données du document (5) où il est montré que l'élément Ca est distribué dans les phases intermétalliques Si_2Ca , $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ et $\text{Si}_8\text{Al}_6\text{Fe}_4\text{Ca}$ (voir Tableau I, page 210). Les requérantes ont elles-mêmes expliqué dans le mémoire de recours, en s'appuyant notamment sur la figure 5 du document (5), "qu'une augmentation du rapport Al/Ca au delà de 4,5 conduit à une augmentation des phases ternaires ($\text{Si}_7\text{Al}_8\text{Fe}_5$ et $\text{Si}_2\text{Al}_3\text{Fe}$), et donc à une baisse de la phase quaternaire ($\text{Si}_8\text{Al}_6\text{Fe}_4\text{Ca}$), libérant du calcium pour la phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$. La teneur en cette dernière phase dans les échantillons

Al et A2 cesse donc d'être négligeable comme dans les exemples du brevet en discussion et revient probablement à un niveau de l'ordre de 0,1%" (voir page 2, 2^{ème} et 4^{ème} paragraphes). Dans leur lettre du 9 juillet 2004, les requérantes ont ajouté que puisque la teneur en aluminium de l'échantillon A1 est supérieure d'environ 50% à celle des échantillons selon les exemples du brevet, "on aura la formation préférentielle de la phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ par rapport à Si_2Ca , puisqu'on a de l'aluminium en excès. Il est donc possible que le pourcentage de la phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ soit proche du maximum 0,12% et donc supérieur à 0,1%". Au vu de ces explications non contestées, la chambre considère que la teneur en phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ dans l'échantillon A1 du document (6) est en tout cas inférieure à 0,12% et de l'ordre de 0,1% mais pas nécessairement égale ou inférieure à 0,10%. Par conséquent, sur la base de l'hypothèse précédente (voir point 2.1.1), cette caractéristique supplémentaire de la revendication 1 est considérée comme non-divulguée par le document (6).

2.1.3 Partant du document (6), le problème technique à la base de l'utilisation revendiquée est également celui indiqué précédemment au point 1.5.5. En effet, les requérantes n'ont pas montré qu'une diminution de la teneur en phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ d'une valeur inférieure à 0,12% dans l'échantillon A1 à la valeur limite revendiquée associée à une diminution du rapport Al/Ca apporterait une amélioration de la réactivité et de la sélectivité. Les exemples comparatifs ne peuvent démontrer une telle amélioration, d'une part pour les raisons déjà indiquées au point 1.5.1 et d'autre part puisque les teneurs en phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ pour les échantillons non conformes à l'invention sont de 0,36% et 0,31% (exemples 4,

échantillon 1 ; exemple 5, échantillon 3 ; exemple 7, teneurs non mentionnées), et donc beaucoup plus élevées que pour l'échantillon A1 du document (6).

L'homme du métier cherchant une solution à ce problème technique arrivera d'une façon évidente à l'utilisation revendiquée au vu de l'enseignement des documents (6) et (5) en partie pour les raisons déjà nommées au point 1.6 précédent, qui s'appliquent également à la présente requête. De plus l'homme du métier peut déduire de la quantité de Ca divulguée dans le document (6) et en connaissance du document (5) que la teneur en phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ est inférieure à 0,12% et probablement **de l'ordre de 0,1%** dans l'échantillon A1. Dans ces circonstances, bien que le document (6) ne souligne pas lui-même l'influence de la phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ (contrairement au document (5)), la teneur de 0,1% couverte par la revendication 1 est évidente pour l'homme du métier dont le but est de trouver un autre silicium ayant de bonnes performances dans la réaction de Rochow.

2.1.4 L'utilisation selon la revendication 1 de la présente requête auxiliaire n'implique donc pas une activité inventive.

3. *Requête auxiliaire n° 2*

3.1 Modifications

La revendication 1 de cette requête correspond à la revendication 7 telle que déposée et à la revendication 7 telle que délivrée, la référence à la revendication 1 dans ces dernières étant remplacée par les caractéristiques correspondantes. La revendication 1

contient de plus la caractéristique supplémentaire "pour la synthèse des alkyl- et aryl halogénosilanes". Celle-ci est divulguée à la page 6, lignes 35 et 36 (avec page 1, lignes 13 à 21) de la demande PCT initiale telle que publiée. La revendication 2 correspond à la revendication 8 de la demande PCT et du brevet. Les exigences de l'article 123(2) et (3) sont donc satisfaites.

3.2 Nouveauté

La nouveauté du procédé revendiqué n'a pas été mise en doute.

3.3 Activité inventive

3.3.1 La revendication 1 de la présente requête est relative à un procédé de préparation d'un silicium métallurgique. La formation de la phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ est limitée à moins de 0,3% du poids du silicium en ajustant simultanément deux rapports pondéraux :

a) le rapport $(\text{Al}+\text{Ca})/\text{Fe}$ est ajusté à une valeur comprise entre 0,7 et 0,9, pour le cas où la vitesse de solidification entre 1000° et 800°C est comprise entre 6 et $30^\circ\text{C}/\text{mn}$, ou à une valeur comprise entre 0,5 et 0,7 pour le cas où cette vitesse est comprise entre 30 et $120^\circ\text{C}/\text{mn}$ et

b) le rapport Al/Ca est ajusté à une valeur comprise entre 2,5 et 4,5.

3.3.2 L'état de la technique le plus proche est représenté par le document (6) qui vise l'incorporation d'un promoteur

phosphoré dans la production du silicium métallurgique (page 2, lignes 1 à 5).

- 3.3.3 Au vu du document (6), le problème technique à résoudre est de procurer une méthode pour produire un silicium métallurgique permettant d'obtenir des performances reproductibles en réactivité et sélectivité dans la réaction de Rochow (voir aussi brevet en cause, page 3, ligne 51 à page 4, ligne 10).
- 3.3.4 La solution proposée est de limiter la formation de la phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ à moins de 0,3% en ajustant, pour des conditions de solidification définies, les rapports pondéraux des impuretés en Al, Ca et Fe tels qu'imposés dans la revendication 1 (voir points VI et 3.3.1 ci-dessus).
- 3.3.5 La formation des phases intermétalliques en fonction de la vitesse de solidification et des concentrations des impuretés a été expliquée par les requérantes à l'aide du diagramme présenté au cours de la procédure orale. De plus, les exemples dans le brevet en cause montrent que la quantité de phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ peut être effectivement contrôlée par l'ajustement desdits rapports et donc que le problème technique est résolu avec les caractéristiques du procédé tel que revendiqué. La question est de savoir si cette solution découle de l'état de la technique de façon évidente.
- 3.3.6 Le document (6) divulgue une méthode pour contrôler la teneur en phosphore du silicium métallurgique, qui consiste en l'ajout d'un taux déterminé de composés phosphorés non-volatils pendant ou après le raffinage du silicium (page 2, ligne 52 à page 3, ligne 8 ; page 3,

ligne 56 à page 4, ligne 10 et revendication 1). Cependant, ce document ne mentionne ni un contrôle de la concentration en impuretés Al, Ca et Fe ou de la concentration en phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$, ni la répartition du phosphore dans différentes phases du silicium (voir aussi point 1.2 ci-dessus).

Pour réduire la quantité de phase intermétallique $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$, il est connu du document (5) de refroidir la masse coulée très lentement (page 213, colonne de droite : "How to produce a given structure"). Cependant, comme déjà observé dans le brevet en cause et non réfuté par l'intimée, cette technique présente des inconvénients pour une production au niveau industriel (page 5, lignes 13 à 16). Le document (5) ne donne toutefois aucune instruction pour contrôler la formation de la phase $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ par d'autres moyens.

Le contrôle de la formation de $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{Ca}$ par le respect simultané des deux conditions essentielles de préparation, à savoir le réglage des rapports pondéraux $(\text{Al}+\text{Ca})/\text{Fe}$ et Al/Ca dans les plages revendiquées pour les conditions de solidification telles que définies dans la revendication 1, n'est suggéré dans aucun autre des documents cités. En conséquence, la chambre considère que la méthode de préparation selon la revendication 1 implique une activité inventive.

3.3.7 La revendication 2 vise un mode de réalisation préféré du procédé selon la revendication 1 ; son objet est donc aussi nouveau et implique une activité inventive.

Dispositif

Par ces motifs, il est statué comme suit :

1. La décision contestée est annulée.

2. L'affaire est renvoyée à la première instance pour maintien du brevet sur la base des revendications 1 et 2 selon la requête auxiliaire n° 2 soumise par lettre du 28 juillet 2004 et d'une description à adapter.

Le Greffier :

Le Président :

A. Wallrodt

M. Eberhard